

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-030986

(43)Date of publication of application : 03.02.1998

(51)Int.Cl.

G01N 21/78

G01N 21/77

G01N 31/22

(21)Application number : 08-200997

(71)Applicant : S T CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 12.07.1996

(72)Inventor : SHIMIZU TOMOMITSU

OZAWA YOHEI

SHIBATANI HARUO

(54) GASEOUS SUBSTANCE DETECTING BODY AND GASEOUS SUBSTANCE DETECTING METHOD USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To detect substances of a wide range by eyes by a simple method by retaining an electron donative type coloring organic compound and a non-volatile developer in a holding body and showing the absence of a gaseous substance by coloration.

SOLUTION: An electron donative type coloring organic compound and a non-volatile developer are retained in a holding body and the absence of a gaseous substance to be measured is shown by coloration. As the coloring compound, triphenylmethane phthalides, fluorans, etc., may be usable. As the developer, non-volatile acidic developers which can open the rings such as lactone rings, lactam rings, spiro-rings, etc., of the coloring compounds and carries out coloration may be usable. Especially, an organic compound having phenolic hydroxyl group is preferably as an organic developer and a weakly acidic solid acid is preferably as an inorganic developer. Further, for this gas detector, porous supporting bodies and polymer substances having a mat-like or sheet-like proper shape can be used as the holding body.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-30986

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月3日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 21/78			G 0 1 N 21/78	Z
21/77			21/77	A
31/22	1 2 2		31/22	1 2 2

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平8-200997

(22) 出願日 平成8年(1996) 7月12日

(71) 出願人 000102544

エステー化学株式会社

東京都新宿区下落合 1 丁目 4 番10号

(72) 発明者 清水 智光

東京都新宿区下落合 1 丁目 4 番10号 エス
テー化学株式会社内

(72) 発明者 小澤 洋平

東京都新宿区下落合 1 丁目 4 番10号 エス
テー化学株式会社内

(72) 発明者 柴谷 治雄

東京都新宿区下落合 1 丁目 4 番10号 エス
テー化学株式会社内

(74) 代理人 弁理士 小野 信夫

(54) 【発明の名称】 気体状物質検知体およびこれを用いる気体状物質検知方法

(57) 【要約】

【課題】 複雑な装置が要求されず、より簡単な方法で、かつ広い範囲の気体状物質を検知する方法を提供すること。

【解決手段】 電子供与型呈色性有機化合物と非揮散性顕色剤とを、保持体に保持させてなり、測定すべき気体状物質の不存在を発色で示すことを特徴とする気体状物質検知体およびこの検知体を利用する気体状物質の検知方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 電子供与型呈色性有機化合物と非揮散性顕色剤とを、保持体に保持させてなり、測定すべき気体状物質の不存在を発色で示すことを特徴とする気体状物質検知体。

【請求項2】 保持体が、気体の流通が可能なものである請求項第1項記載の気体状物質検知体。

【請求項3】 保持体が、多孔質担体である請求項第1項記載の気体状物質検知体。

【請求項4】 電子供与型呈色性有機化合物が、トリフェニルメタンフタリド類、フルオラン類、フェノチアジン類、インドリルフタリド類、スピロフラン類、ロイコオーラミン類またはローダミンラクタム類から選ばれたものである請求項第1項記載の気体状物質検知体。

【請求項5】 非揮散性顕色剤が、フェノール性水酸基を有する化合物である請求項第1項記載の気体状物質検知体。

【請求項6】 非揮散性顕色剤が、弱酸性の固体酸である請求項第1項記載の気体状物質検知体。

【請求項7】 電子供与型呈色性有機化合物と非揮散性顕色剤とを保持体に保持させ、気体状物質の不存在を発色で示す気体状物質検知体を、気体状物質の存在を検知すべき雰囲気下に置き、その色調を目視で観察することを特徴とする気体状物質の検知方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、大気中や閉空間に気体状物質が存在するかどうかを検知するための検知体およびそれを用いる気体状物質の検知方法に関し、さらに詳細には、防虫剤、芳香剤、殺虫剤などから揮散される気体状物質の有無を色調変化によって検知する気体状物質検知体およびそれを用いる検知方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、防虫剤など揮散性物質を揮散する製剤（揮散製剤）において、揮散の終点を色素を利用してその色調変化によって目視判定する方法が知られている。例えば、揮散性物質と色素とを揮散製剤中に保持させ、揮散物質の揮散・消失による揮散製剤の色調変化を目視で観察するもの（特開平1-161081号）、揮散性物質、電子供与型呈色性有機化合物および顕色剤を揮散製剤中に保持させ、揮散性物質の揮散・消失による揮散製剤の色調が変化するのを利用するもの（特開昭62-163965号）等が提案されている。

【0003】 しかし、これらの方法は、揮散製剤が外部から見えない構造の製剤には適用できないし、また、木材に揮散液を含浸させた場合のように、揮散製剤自体が本来着色している場合には色調変化が不明瞭になるという欠点があった。

【0004】 これに対して、揮散した気体状物質を直接検知する方法は、上記の欠点を解決するための好ましい

方法である。具体的に色素を用いて気体状物質を検知する方法としては、（a）機能性色素膜（特開昭63-234136号、特開平5-296934号など）や酸発光性色素と酸性顕色剤と造膜性高分子物質からなる物質検知膜（特開平3-251747号）を発光部と受光部との間に設置し、気体状物質への膜への吸着による吸着スペクトルの変化を光学的に検出する方法や、（b）電子供与性発色性有機化合物を含有する樹脂組成物によって電子受容性物質を視覚的に検出する方法（特開平5-320616号）などが提案されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、上記（a）の方法は複雑な装置が必要であり、また、（b）の方法は検知される気体状物質が限定される欠点があった。したがって、より簡単な方法で、より広い範囲の気体状物質を検知する方法が望まれていた。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、色素を用いる気体状物質の検知方法について鋭意検討を行った結果、電子供与型呈色性有機化合物と顕色剤を保持体に保持させた検知体は、気体状物質の存在する雰囲気下では減感作用を受けて退色ないし消色し、気体状物質が存在しない雰囲気下では発色することを見出し、本発明を完成した。

【0007】 すなわち本発明は、電子供与型呈色性有機化合物と非揮散性顕色剤とを、保持体に保持させてなり、気体状物質の不存在を発色で示す気体状物質検知体およびこれを利用する気体状物質の検知方法を提供するものである。

【0008】 本発明の気体状物質検知体（以下、「気体検知体」という）において用いられる保持体としては、紙、不織布、布、木材、パルプ、セルロース、素焼などの多孔質担体、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンなどの高分子物質、パラフィンなどの有機化合物などが用いられる。このうち、特に、気体の流通可能な保持体、例えば多孔質担体を利用すると、検出すべき気体と電子供与型呈色性有機化合物および非揮散性顕色剤との反応性が高くなり、検出感度が高くなるので好ましい。

【0009】 また、本発明で用いる電子供与型呈色性有機化合物（以下、「呈色化合物」という）としては、トリフェニルメタンフタリド類、フルオラン類、フェノチアジン類、インドリルフタリド類、スピロフラン類、ロイコオーラミン類、ローダミンラクタム類等が挙げられ、例えば、クリスタルバイオレットラクトン、マラカイトグリーンラクトン、3-ジエチルアミノ-6-メチルフルオラン、3-ジエチルアミノ-7-クロロフルオラン、1,3,3-トリメチルインドリン-2,2-スピロ-6'-ニトロ-8'-メトキシベンゾピラン、ベンゾイルロイコメチレンブルーなどを利用することができ

る。これらの呈色化合物は、単独で使用してもよいし、また2種以上を混合してもよい。

【0010】更に、本発明で用いる非揮散性顕色剤（以下、「顕色剤」という）としては、上記呈色化合物のラクトン環、ラクタム環、スピロ環などを開環して発色させる種々の非揮散性の酸性顕色剤を利用することができ、特に、フェノール性水酸基を有する化合物である有機顕色剤および弱酸性の固体酸である無機顕色剤が好ましい。このうちフェノール性水酸基を有する化合物としては、例えば、ビスフェノールA、ビスフェノールS、2,2'-メチレンビス(4-クロルフェノール)、4,4'-ジヒドロキシベンゾフェノン、4,4'-チオジフェノール、4,4'-メチレンビス(2,6-ジ-*t*-ブチルフェノール)、4,4'-ビフェノール、*p*-フェニルフェノール、*p*-クミルフェノール、4-*t*-ブチルカテコール、3,5-ジ-*t*-ブチルカテコール、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、*p*-ヒドロキシ安息香酸ブチル、*p*-ヒドロキシ安息香酸ベンジル、没食子酸メチル、没食子酸エチル、没食子酸プロピル、サリチル酸オクチル、サリチル酸フェニル、プロトカテキユ酸エチル、*t*-ブチルヒドロキノン、*t*-ブチルヒドロキシアニソール、2,6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェノールなどが挙げられる。一方、弱酸性の固体酸としては、シリカ、アルミナ、クレー、カオリン、ベントナイトなどが挙げられる。この顕色剤は、揮散性が小さく、少なくとも使用終了時に有効量が残存していることが望ましい。

【0011】本発明の気体検知体は、保持体として上記したように多孔質担体、高分子物質、有機化合物などが用いられ、これらはマット状、シート状、フィルム状、粉状、チップ状、ペースト状など適当な剤形で用いることができる。また、顕色剤として無機顕色剤を用いる場合には、顕色剤自体をそのまま、もしくはマット状等に焼結して保持体とし、これに呈色化合物を保持させて気体検知体とすることもできる。なお、顕色剤自体を保持体とする場合は、これを保持体と考えて呈色化合物の量を定めることが好ましい。

【0012】上記保持体に呈色化合物と顕色剤を保持させる方法としては、両成分をアルコール、エーテル、アセトンなどの有機溶媒に溶解し、保持体に滴下塗布、浸漬塗布、スプレー塗布、印刷、ハケ塗り、混合溶解などを施した後、溶媒を蒸発させる方法、両成分と高分子物質を有機溶媒に溶解し、ガラス板などの基盤上にスピナー法や浸漬法などで塗布した後、溶媒を蒸発させる方法、両成分と高分子物質を溶融混練する方法などを挙げることができる。このとき、呈色化合物と顕色剤の保持体への付着性を高めるために、適当なバインダーを用いることもできる。更に必要に応じて紫外線吸収剤など

を添加することもできる。

【0013】本発明の気体検知体は、保持体100重量部に対して呈色化合物を、0.0001ないし5重量部程度保持させることが好ましく、また、顕色剤の使用量は、通常呈色化合物1重量部に対して0.1ないし50重量部程度とすることが好ましい。

【0014】本発明の気体検知体によって検知される気体状物質としては、メタノール、エタノール、オクタノール、リナロール、ゲラニオール、ベンジルアルコール、フェネチルアルコールなどのアルコール類、アセトン、メチルアミルケトン、メントン、カルボン、カンファーなどのケトン類、アセトアルデヒド、オクチルアルデヒド、ベンズアルデヒド、シトラール、ペリラルデヒドなどのアルデヒド類、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジベンジルエーテル、シネオール、アニソール、リナロールオキサイドなどのエーテル類、蟻酸ガラニル、酢酸エチル、酢酸リナリル、プロピオン酸イソアミル、プロピオン酸ベンジル、酪酸シトロネリル、サリチル酸エチルなどのエステル類、アンモニア、ジエチルアミン、トリエチルアミン、インドールなどのアミン類など広い範囲の物質を挙げることができる。

【0015】また、これらの物質も含めて気相において有用な作用を発揮する物質、例えば、天然および合成の香料、エムペントリンなどの防虫剤、DDVPなどの殺虫剤、N,N-ジエチル-*m*-トルアミドなどの忌避剤、(Z)-11-ヘキサデセナールなどの誘引剤、 α -ブロムシンナムアルデヒドなどの防菌防黴剤なども検知することができる。

【0016】これらの物質の検知し易さは、物質の構造、蒸気圧などによって異なるが、一般に蒸気圧の大きい物質の方が検知が容易であり、例えばリナロールなどは特に有効な検知対象である。したがって、本発明の検知体を用いれば、これらの物質を含む製剤、すなわち芳香剤、防虫剤、殺虫剤などの終点を色調変化によって目視判定することができる。

【0017】

【作用】本発明の気体検知体は、呈色化合物と非揮散性の顕色剤を保持体に保持させ、この発色を気体状物質の作用により消失させることにより気体状物質の存在を検知するものである。このように、呈色化合物と顕色剤を保持体に保持させただけの単純な検知体が、気体状物質によって減感作用を受け、気体状物質の消失によって再び発色する現象を起こすことは、全く予想もされないことであり、驚くべきことである。

【0018】

【発明の効果】本発明の気体検知体は、簡単な方法で広い範囲の物質を目視によって検知することができ、芳香剤、防虫剤、殺虫剤などの終点を色調変化によって判定することができる。

【0019】

【実施例】次に実施例を挙げ、本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれら実施例に何ら制約されるものではない。

【0020】実施例 1

クリスタルバイオレットラクトン 0.1 g とビスフェノールA 0.5 g をアセトン 100 g に溶解した。この溶液中に直径 55 mm の濾紙を浸漬したのち取り出してアセトンを蒸発させ、青色の気体検知体を調製した。この検知体を、1 g のエタノールを入れた内容積 50 ml のビーカーに隣接させて 500 ml 広口瓶の中に入れ蓋をした。1 日後に観察したとき、検知体は消色し白色であった。検知体を広口瓶から取り出して放置し、3 日後に観察したとき、検知体は青色に戻っていた。

【0021】実施例 2

実施例 1 と同様の実験において、エタノールに変えて次の物質を検知体とともに広口瓶に入れ、1 日後および 3 日後に消色の程度を観察した。その結果、1 日後に白色に消色していたのは、リナロール、カルボン、カンファー、アセトフェノン、シトラール、ペリラルデヒド、アニソール、リナロールオキサイドおよび酢酸エチル、3 日後に白色に消色していたのは、ベンズアルデヒド、酢酸リナリル、プロピオン酸ベンジルおよびサリチル酸エチルであった。これらの検知体は、消色を確認した後広口瓶から取り出して放置し、3 日後に観察したとき、いずれも青色に戻っていた。

【0022】実施例 3

それぞれ 8 cm 四方の 1 枚のポリエステルフィルムと 2 枚のポリエチレンフィルムを重ねてその周囲 3 方を熱シールし、2 室からなる包装袋を作成した。この包装袋の両面ポリエチレンフィルムよりなる室に実施例 1 と同

様の気体検知体を、他方の室に 3 g のリナロールを含浸した含浸木材チップ 11 g を入れたのち入口を熱シールし、繊維害虫忌避剤を調製した。この忌避剤を気体不透過性フィルムの袋に入れ 25℃にて保存したところ、24 時間後に気体検知体は消色し白色になった。その後、忌避剤を気体不透過性フィルムの袋から取り出して 25℃の恒温室内に放置し、リナロールを揮散させたところ、リナロールの消失にともない検知体は青色になった。

【0023】実施例 4

実施例 3 と同様の実験において、リナロールに変えて次の物質、すなわち、カルボン、カンファー、アセトフェノン、シトラール、ペリラルデヒド、アニソール、リナロールオキサイドおよび酢酸エチルを用いた。その結果いずれの場合も、物質の存在中は検知体は白色であり、物質の揮散による消失にともない組成物は青色に戻った。

【0024】実施例 5

クリスタルバイオレットラクトン 0.1 g をアセトン 100 g に溶解した。この溶液 1 g 中に、粒径 1~2 mm の球形アルミナ（キャタラー工業（株）製；JAC-N 150）1 g を浸漬したのち取り出してアセトンを蒸発させ、青色の球形気体検知体を調製した。この検知体をポリエチレンフィルムの袋に封入し、1 g のアセトンを入れた内容積 50 ml のビーカーに隣接させて 500 ml の広口瓶の中に入れて蓋をした。1 日後に観察したとき、検知体は消色し、白色であった。袋に封入したまま検知体を広口瓶から取り出して放置し、3 日後に観察したとき、検知体は青色に戻っていた。

以 上